

## UA 38454 A

(51) IPC<sup>7</sup> C01G23/02

(54) METHOD OF PRODUCING MIXED CRYSTALS OF TITANIUM AND ALUMINIUM TRICHLORIDES

(21) 2000073995

(22) 06.07.2000

(24) 15.05.2001

(33) UA

(46) 15.05.2001, Bul. No 4, 2001

(72) Vera M. Zavadovska et al.

(73) The State Scientific and Research Titanium Institute, the Zaporozhsky State Titanium-Magnesium Combine

(57) Method of producing mixed crystals of titanium and aluminium trichlorides, said method including preliminary mixing titanium tetrachloride with ground aluminium, adding titanium tetrachloride for an excess thereof, and subsequently reducing the titanium tetrachloride in the presence of free halogen and/or aluminium chloride with distillation of products which are evaporated, characterized in that the titanium tetrachloride is reduced with an aluminium powder having a water covering power of 7000-9000 cm<sup>2</sup>/g in an inert gas atmosphere.



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 38454

(13) A

(51) 7 C01G23/02

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛІКУТАЛНОЇ  
ВЛАСНОСТІ

## ОПИС

ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ  
НА ВИНАХІДвідається під  
відповідальність  
власника  
патенту

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ЗМІШАНІХ КРИСТАЛІВ ТРИХЛОРИДІВ ТИТАНУ ТА АЛЮМІНІЮ

- (21) 2000073995  
 (22) 06.07.2000  
 (24) 15.05.2001  
 (33) UA  
 (46) 15.05.2001, Бюл. № 4, 2001 р.

(72) Завадовська Віра Миколаївна, Дрожжев Володимир Іванович, Матвєєв Ігор Володимирович, Кравцов Анатолій Іванович, Шкурін Борис Миколайович, Сидоренко Сергій Андрійович, Мишеньов Сергій Васильович, Гуров Валерій Петрович, Степаніщева Діна Фатіхівна  
 (73) Державний науково-дослідний та проектний інститут титану, Запорізький державний титано-

магнієвий комбінат

(57) Способ одержання змішаних кристалів трихлориду титану та алюмінію, який включає попереднє змішування тетрахлориду титану з подібненим алюмінієм, добавлення тетрахлориду титану до його надлишку та наступне його відновлення у присутності вільного галогену та/або хлориду алюмінію з відгонком продуктів, що випаровуються, який відрізняється тим, що відновлюється тетрахлорид титану алюмінієвою пудрою з покривальною здатністю на воді 7000-9000 см<sup>2</sup>/г в середовищі інертного газу.

Винайдений спосіб одержання змішаних кристалів титану та алюмінію може бути використаний у металургії титану для очистки тетрахлориду титану, а також у хімії полімерних сполучень.

Відомий "Способ одержання змішаних хлоридів титану" шляхом хлорування тетрахлориду титану хлоро-повітряною сумішшю у присутності порошкоподібного алюмінію при температурі 130-140°С, а.с. СРСР № 662501 від 08.07.75 р., С01G 23/02. Проте даний спосіб характеризується низькою реакційною здатністю продукту, що одержують, при подальшому його використанні в якості реагенту в хімічній очистці тетрахлориду титану та низьким коефіцієнтом використання алюмінію - близько 50%.

Науківців близьким технічним рішенням, притягнувши як прототип, є "Спосіб одержання змішаних хлоридів титану" за а.с. СРСР № 255577 від 04.09.68, С22В 34/12, відповідно до якого тетрахлорид титану, узвісний з надлишком, відновлюється підробленним металевим відновником у присутності хлориду алюмінію. Як підробленний металевий відновник застосовують алюмінієву пудру марки ПАК-3, що характеризується покривальною здатністю на воді 6000 см<sup>2</sup>/г. Суміш реагента, що складається з тетрахлориду титану, розчину хлориду алюмінію в тетрахлориді титану та алюмінієвою пудрою, хлорують. Відбувається довгільна натривання суміші реагентів до кінця та виділення тетрахлориду титану і хлориду алюмінію, що випаровуються.

Аналіз способу показав, що продуктом відновлення є однофазна змішана сіль трихлориду титану та алюмінію.

Проте за даною технологією виходять кристали з низькою реакційною здатністю, що виявляється при подальшому їх використанні у хімічній очистці тетрахлориду титану від домішок.

В основу винайду поставлено задачу підвищення реакційної здатності змішаних кристалів за рахунок інтенсифікації процесу їх одержання.

Поставлені задачі досягаються тим, що у відомому способі одержання змішаних кристалів трихлориду титану та алюмінію, що включає змішування тетрахлориду титану з подібненим алюмінієм, добавлення тетрахлориду титану до його надлишку та наступне його відновлення у присутності вільного галогену та/або хлориду алюмінію з відгонком продуктів, що випаровуються, тетрахлорид титану відновлюють алюмінієвою пудрою з покривальною здатністю на воді, що дорівнює 7000-9000 см<sup>2</sup>/г, в інертному газовому середовищі.

Відновлення тетрахлориду титану алюмінієвою пудрою з покривальною здатністю на воді 7000-9000 см<sup>2</sup>/г при середній швидкості процесу, яка є однаковою для пудри з будь-якою покривальною здатністю, в початковий момент проходить із різким страйбом тиску в апараті, інтенсивним виділенням тепла, миттєвим досягненням максимальної температури процесу, що вказує на дуже високу швидкість реакції. Якраз у цей період відбувається основна маса тетрахлориду титану та хлориду алюмінію, що випаровуються. Усе це характеризує високу інтенсивність процесу та, як виявилося, приводить до підвищення реакційної здатності змішаної солі, що одержують. Застосу-

UA (19) 38454 (13) A

UA (19)

вання інертного середовища дозволяє максимально підвищити й реакційну здібність.

Відновлення тетрахлориду титану алюмінієвою пудрою з покривальною здатністю на воді менше  $7000 \text{ см}^2/\text{г}$  приводить до зниження інтенсивності відновлення в початковий момент, кількість тетрахлориду титану, що відганяється, значно зменшується, частки алюмінію укриваються христалами змішаної солі та не реагують до кінця.

При відновленні тетрахлориду титану алюмінієвою пудрою з покривальною здатністю на воді більшою  $9000 \text{ см}^2/\text{г}$  початкова стадія відновлення проходить настільки бурхливо, що випаровується вся маса тетрахлориду титану, що приводить до спікання змішаної солі, в реакторі піднімається тиск як до викидання суміші з апарату. Одержані спечений продукт має дуже низьку реакційну здатність. Поставлена задача не досягається.

Способ, що пропонується, здійснюється таким чином.

Алюмінієву пудру з покривальною здібністю на воді  $7000\text{-}9000 \text{ см}^2/\text{г}$  і тетрахлорид титану змішують у співвідношенні 1:(20 $\cdot$ 40) та переводять у реактор.

Потім у реактор додають чистий тетрахлорид титану, а також тетрахлорид титану, що випарюється та сконденсується в попередньому процесі, та містить хлорид алюмінію. Загальна кількість тетрахлориду титану складає  $75\text{-}95 \text{ г на 1 кг алюмінієвої пудри}$ . У реактор подають хлор-азотну суміш до моменту початку відновлення тетрахлориду титану, який визначається за різким підвищенням тиску та температури у реакторі, після чого подача хлору припиняється. Тетрахлорид титану та хлорид алюмінію, що випарюються, відганяються у окрему змішаність і використовують у наступному процесі. Процес відновлення проходить і закінчується довільно.

Реакційну здатність змішаної солі оцінюють по витратам змішаної солі на очистку технічного тетрахлориду титану від домішок. З підвищеним реакційною здатністю витрати солі на очистку зменшуються.

#### Приклад 1.

В окремій емності готували суспензію алюмінієвої пудри в тетрахлориді титану: 190 г тетрахлориду титану змішували з 9 г алюмінієвої пудри, покривальною здатністю якої  $7000 \text{ см}^2/\text{г}$ .

У реактор запалили сконденсований у попередньому процесі суміш тетрахлориду титану та хлориду алюмінію, суспензії та очищений тетрахлорид титану. Загальна вага матеріалів, що завантажуються, 750 г. Хлор і азот змішували та подавали у реактор. Взаємодія алюмінієвої пудри з хлором проходила з видленням тепла, реакційна суміш розігрілася до температури  $80^\circ\text{C}$ . Потім у реакторі різко підвищувався тиск і температура різко піднімалася до  $136^\circ\text{C}$ , відігналося 190 г суміш тетрахлориду титану з хлоридом алюмінію. Процес закінчився, коли температура в реакторі почала знижуватися. В результаті одержано 620 г пульпи змішаної солі тетрахлориду титану та алюмінію в тетрахлориді титану, яку направили на очистку технічного тетрахлориду титану від домішок.

Реакційну здібність оцінювали за витратами змішаної солі на очистку технічного тетрахлориду

титану від домішок, при цьому очищено 9000 кг технічного тетрахлориду. Витрата змішаної солі у перерахуванні на металевий алюміній склала  $0,56 \text{ кг на 1 кг суміші домішок у тетрахлориді титану}$ . Кофіцієнт використання алюмінію складає 97,99%.

#### Приклад 2.

Змішану сіль одержали як у прикладі 1. Суспензію приготували з 192 г тетрахлориду титану та 9 г алюмінієвої пудри, покривальною здатністю якої на воді  $9000 \text{ см}^2/\text{г}$ .

У процесі одержання змішаної солі відінано 155 г суміші тетрахлориду титану з хлоридом алюмінію та одержано 605 г пульпи змішаної солі в тетрахлориді титану. Цю пульпу використали для очистки 9300 кг технічного тетрахлориду титану. Витрата змішаної солі на очистку у перерахуванні на металевий алюміній склала  $0,54 \text{ кг на 1 кг суміші домішок в тетрахлориді титану}$ .

Кофіцієнт використання алюмінію складає 98,87%.

#### Приклад 3.

Одержання змішаної солі проведено, як у прикладі 1. Суспензію приготували з 190 г тетрахлориду титану та 9 г алюмінієвої пудри, покривальною здатністю якої на воді  $6000 \text{ см}^2/\text{г}$ . В процесі одержання змішаної солі відінано 30 г суміші тетрахлориду титану з хлоридом алюмінію та одержано 730 г пульпи змішаної солі в тетрахлориді титану. За допомогою цієї пульпи очищено 6900 кг технічного тетрахлориду титану. Витрата змішаної солі на очистку в перерахуванні на металевий алюміній склала  $0,73 \text{ кг на 1 кг суміші домішок у тетрахлориді титану}$ . Кофіцієнт використання алюмінію складає 95%.

#### Приклад 4.

Одержання змішаної солі проведено як у прикладі 1. Суспензію приготували з 191 г тетрахлориду титану та 9 г алюмінієвої пудри, покривальною здатністю якої на воді  $9560 \text{ см}^2/\text{г}$ .

При проведенні процесу відновлення різко підвищується тиск і температура, реакційну суміш викинуло з реактору. У результаті одержали не пульпу, а спечений продукт, який роздрібнювали ручним способом і заливали тетрахлоридом титану та потім використали для очистки технічного тетрахлориду. При цьому очистили 500 г технічного тетрахлориду титану. Витрата на очистку склала 10 кг на 1 кг суміші домішок у тетрахлориді титану.

#### Приклад 5 (за прототипом).

Одержання змішаної солі проведено як у прикладі 3 без подавання азоту в реактор. При цьому відінано 28 г сумішки тетрахлориду титану з хлоридом алюмінію та одержано 932 г пульпи змішаної солі в тетрахлориді титану. За допомогою цієї пульпи очищено 6600 кг технічного тетрахлориду титану. Витрата змішаної солі на очистку при перерахуванні на металевий алюміній складає 0,76 кг на 1 кг суміші домішок у тетрахлориді титану.

Кофіцієнт використання алюмінію складає 94,43%.

Результати дослідів систематизовані в таблиці.

Таблиця

№№ досліду	Покривальна здібність алюмінієвої пудри на воді, см <sup>2</sup> /г	Середовище в реакторі	Витрата змішаної солі на очистку в перерахуванні на металевий алюміній, кг/кг суми домішок	Коефіцієнт використання алюмінію, %
1.	7000	азот	0,56	97,99
2.	9000	азот	0,54	98,87
3.	6000	азот	0,73	95,00
4.	9560	азот	Процес іде з викидом продуктів реакції	-
5.	9000	повітря	0,76	94,43

Таким чином використання способу, що пропонується, дозволяє значно підвищити реакційну здатність змішаної солі, тому що, як видно з таблиці, витрата змішаної солі на очистку тетрахло-

риду титану знижується в 1,4 рази, порівняно з прототипом. Крім того, додатково підвищується коефіцієнт використання алюмінію до 98-99%.

---

ДП "Український інститут промислової власності" (Укрпатент)  
Україна, 01133, Київ-133, бульв. Лесі Українки, 26  
(044) 295-81-42, 295-61-97

---

Підписано до друку 2001 р. Формат 60x84 1/8.  
Обсяг обл.-вид. арк. Тираж 50 прим. Зам.

---

УкрІНТЕІ, 03680, Київ-39 МСП, вул. Горького, 180.  
(044) 268-25-22

---